

I Treinamento de avaliadores/especialistas de atividades de avaliação da conformidade de CRB



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Programa de
Acreditação de

OAC

Coleções de Cultura
dos Centros de
Recursos Biológicos



Renata Martins Horta Borges
Divisão de Acreditação de Laboratórios
Coordenação Geral de Acreditação

**Abordagem sobre a aplicação do ISO Guide 34:2009 em
combinação com os requisitos relevantes da norma
ABNT NBR ISO/IEC 17025: 2005.**

Um pouco de história ...

Segundo Lamberty e Emons (2010), a acreditação de produtores de materiais de referência se tornou uma questão mais visível e importante quando a Austrália iniciou os esforços para consolidar o controle de doping para a preparação dos Jogos Olímpicos de 2000 em Sidney.

Os principais documentos disponíveis:

ISO/IEC 17025: 1999 Passou por revisão e foi publicada a nova versão em 2005

ILAC G12: 2000 (Guidelines for the requirements for the competence of reference materials producers),

ISO Guide 34:2000 apresentava uma estrutura não alinhada à norma ISO/IEC 17025 nem ao ILAC G12.

Em 2005 foi realizada uma pesquisa no âmbito do ISO REMCO para identificar que Guides deveriam ser revisados e a seguinte resolução foi escrita, fruto da reunião anual de 2006:

“Resolution 5/2006 (29th REMCO Assembly – Praga, República Tcheca)

*REMCO confirms that it is important that there **is stability in the technical content**, nevertheless recognizes that there may be benefit in **clarification in certain areas**, agrees that ... an ad-hoc group “AHG Guide 34” (Convener Andrée Lamberty) is established to propose areas needing clarification and / or further explanation **(i.e. no new requirements)**.”*

Um pouco de história ...

O primeira minuta foi discutida na reunião de 2007 do REMCO, Japão:

Foram consideradas contribuições do grupo ad hoc (representação da ABNT) e do relatório proveniente do Workshop promovido pela APLAC sobre acreditação de produtores de materiais de referência em 2005;

Como resultado das discussões da reunião do Japão, as mudanças pequenas do Guide 34 provenientes de esclarecimentos sobre a aplicação do Guide em determinadas áreas foram consideradas não suficientes. Um grupo de trabalho no âmbito do REMCO foi formado para revisar todo o Guide (Working Group 11, Revision of Guide 34).

Nova minuta de
texto em
out/2007



GT 11 emitiu
comentários



Coordenadora
analisou e enviou
para análise dos
membros do
REMCO, 2008

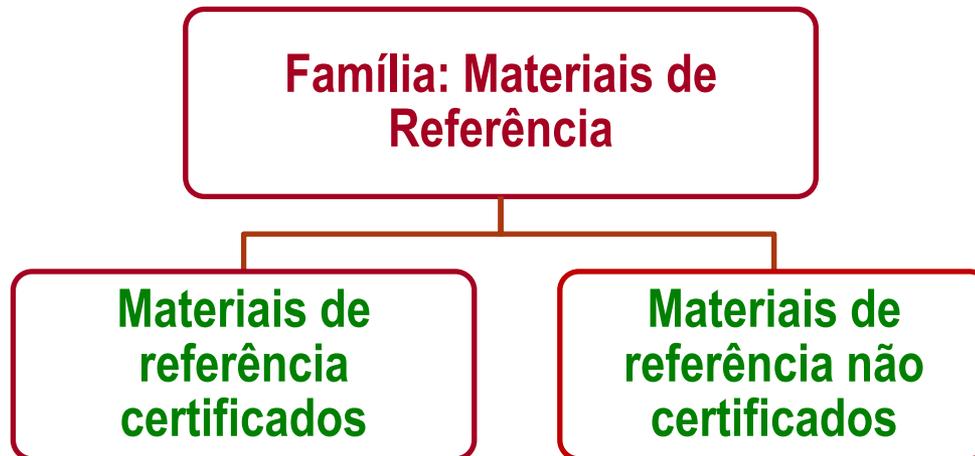


Outra versão do
Guide foi
elaborada e
**aprovada por
unanimidade em
2009**



**Publicação em Nov/2009,
somente três anos após a
decisão do REMCO**

Escopo do ISO Guide 34: 2009



- O termo “certificação” é utilizado para certificação de materiais de referência e não deve ser confundido com certificação de produto ou certificação de sistemas de gestão.
- Foi inserido o item 1.4 enfatizando que o Guide 34 se aplica **à produção de materiais de referência certificados e não certificados**. Para não certificados, os requisitos mínimos são detalhados ao longo do documento

4.1 Requisitos do sistema de gestão

4.1.1 Generalidades

- **sistema de gestão documentado** apropriado ao escopo de suas atividades, incluindo o tipo, faixa e volume da produção do material de referência que ele se compromete a produzir.
- deve ser reconhecido que uma propriedade de material de referência necessita ser caracterizada principalmente ao nível de exatidão **exigido para o seu uso pretendido** (ou seja, incerteza de medição apropriada para um valor de propriedade de um material de referência certificado).
- deve ser **definido seu escopo de atividades** em termos dos tipos de materiais de referência (incluindo as matrizes das amostras, se aplicável), as propriedades a serem certificadas e as faixas de valores atribuídos (e suas incertezas) dos materiais de referência que eles produzem, e seu envolvimento na execução do ensaio, calibração e medições em relação às avaliações de homogeneidade, estabilidade e caracterização e uso de subcontratados nestas tarefas.

4.1.2 Política da qualidade

- **definida e documentada sua política**, seus objetivos e comprometimento para assegurar e manter a qualidade de todos os aspectos da produção de material de referência.
 - O Manual deve ser emitido sob a autoridade da Alta Direção.

A política da qualidade deve incluir, mas não ser limitada aos seguintes compromissos:

- produzir materiais de referência em conformidade aos requisitos deste Guia e das definições dadas no **ABNT ISO Guia 30**;
- produzir, onde aplicável, materiais de referência certificados de acordo com os requisitos do **ABNT ISO Guia 35** e acompanhados pelos certificados que atendam aos requisitos do **ABNT ISO Guia 31**;
- conduzir todos os ensaios e calibrações como suporte à produção de materiais de referência em conformidade com os requisitos da **ABNT NBR ISO/IEC 17025**;
- requerer que **todo o pessoal** relacionado com a qualidade de qualquer aspecto das atividades de produção do material de referência **se familiarize com a documentação da qualidade e implemente as políticas e procedimentos em seu trabalho**;
- para a direção **melhorar continuamente a eficácia do sistema de gestão** e comprometer-se com a boa prática profissional e com a qualidade de seus materiais de referência.

4.1.3 Sistema de gestão

- deve documentar todas as suas políticas, sistemas, programas, procedimentos, instruções, resultados, etc., na extensão necessária para habilitar o produtor a assegurar a qualidade dos materiais de referência produzidos.
- deve especificar quais atividades são realizadas pelo produtor de material de referência e, quando relevante, quais atividades são realizadas pelos subcontratados.

4.1.3 Sistema de gestão

□ Em especial, o produtor deve ter um sistema de gestão que abranja o seguinte:

□ meios para assegurar a **escolha adequada** (ex. tipo de material, faixa de concentração, etc.) de candidatos a materiais de referência;

□ procedimentos de **processamento**;

□ avaliação do **grau de homogeneidade** requerido do material de referência;

□ avaliação da estabilidade do material de referência e **determinação do período de validade do certificado ou declaração**;

□ procedimentos para a **caracterização** (se aplicável);

□ avaliação de **comutatividade** (quando apropriado);

□ realização prática da **rastreabilidade metrológica de resultados de medição** a uma referência declarada;

□ **atribuição de valores de propriedade**, incluindo preparação de certificados ou declarações de acordo com o ABNT ISO Guia 31 quando apropriado;

□ mecanismos para assegurar **instalações adequadas de armazenamento**;

□ mecanismos que garantam **instalações adequadas** para identificação, rotulagem e embalagem, procedimentos de embalagem e entrega em conformidade com as regulamentações internacionais de segurança, e serviço ao cliente;

□ avaliação de **monitoramento de estabilidade pós certificação** como requerido para a extensão do período atribuído da validade do certificado do material de referência (se aplicável);

□ conformidade com o ABNT ISO Guia 30 e com seções apropriadas dos ABNT ISO Guias 31 e 35.

4.2 Organização e gestão

- deve ser entidade que possa ser considerada **legalmente responsável**.
- deve operar de tal forma que **cumpra com todos os requisitos** aplicáveis do Guide 34, seja realizando o trabalho em quaisquer de suas instalações.
- deve ter **peçoal gerencial**, apoiado pelo pessoal técnico, com a autoridade e recursos necessários para desempenhar suas tarefas e deve ter meios para assegurar que sua direção e seu pessoal estejam livres de quaisquer pressões e influências indevidas,
- deve definir a **estrutura organizacional e gerencial** do PMR, seu lugar na organização principal, e as relações entre a gerência, operações técnicas, serviços de apoio, subcontratados e o sistema de gestão da qualidade;
- - deve ter **gerência técnica**, incluindo um gerente técnico, que tenha total responsabilidade pelas operações técnicas e pela provisão dos recursos necessários;
- - deve nomear um membro de seu quadro de pessoal como **gerente da qualidade** (qualquer que seja a denominação).

4.3 Controle de documentos e informações

- deve estabelecer e manter procedimentos para **controlar todos os documentos** (gerados internamente ou obtidos de fontes externas) e outras informações que fazem parte de seu sistema de gestão.
- documentos apropriados estejam **disponíveis** em todos os locais onde sejam realizadas **operações essenciais** para a efetiva produção de materiais de referência.
- **análise crítica e aprovação** para utilização por pessoal autorizado antes da emissão.
- documento inválido ou obsoleto seja prontamente removido ou impedido o seu uso não intencional;
- documentos do sistema de gestão gerados pelo produtor de material de referência devem ser **univocamente identificados**.
- alterações nos documentos devem ser analisadas criticamente e aprovadas por **pessoal designado**, exercendo a mesma função que realizou a análise crítica original e aprovação, salvo decisão específica contrária.

4.4 Análise crítica de pedidos, propostas e contratos

- os requisitos sejam adequadamente definidos, documentados e entendidos;
- o produtor de material de referência tenha a capacidade e os recursos para atender aos requisitos;
- no caso de contratos, quaisquer diferenças entre os requisitos do contrato ou do pedido e os da proposta sejam resolvidas satisfatoriamente, tanto para o produtor de material de referência quanto para o cliente.

Devem ser mantidos registros das análises críticas, incluindo quaisquer modificações.

A análise crítica deve incluir qualquer serviço a ser subcontratado pelo produtor de material de referência.

4.5 Uso de subcontratados

- selecionar subcontratados competentes;
- deve estabelecer e manter procedimentos para assegurar que todas as tarefas desempenhadas pelos subcontratados atendam as especificações estabelecidas pelo produtor de material de referência para tais tarefas;
- assegurar aderência ao Guide 34 em relação às tarefas designadas aos subcontratados.

Seleção baseada em:

- Para subcontratados que executam medições ou ensaios, as especificações devem incluir os requisitos descritos na ABNT NBR ISO/IEC 17025.
- Podem ser pagos ou não; em ambos os casos, um protocolo deve especificar os requisitos para execução de suas tarefas.
- Deve manter um cadastro de todos os subcontratados utilizados e incluir um registro de quaisquer avaliações feitas na capacidade destes para realizar tarefas contratadas de acordo com os requisitos deste Guia

4.6 Aquisição de serviços e suprimentos

- seleção de serviços e suprimentos que afetam a qualidade de seus materiais de referência.;
- deve utilizar somente estes serviços e suprimentos que atendam aos requisitos especificados para assegurar a qualidade dos MR;
- deve assegurar que equipamentos e materiais de consumo adquiridos não sejam utilizados até que tenham sido inspecionados, calibrados ou que seja verificada a sua conformidade às especificações ou requisitos definidos;
- deve manter registros dos fornecedores e subcontratados dos quais obtém serviços e suprimentos.

4.7 Atendimento ao cliente

- deve esclarecer os pedidos e perguntas dos clientes;
- deve procurar obter realimentação, tanto positiva quanto negativa, de seus clientes.
 - a realimentação deve ser utilizada e analisada para melhorar o sistema de gestão, as atividades de produção de material de referência e o atendimento ao cliente.

4.8 Reclamações

- deve ter uma política e procedimento para solucionar as reclamações recebidas de clientes ou de outras partes.
 - devem ser mantidos registros de todas as reclamações, das investigações e ações corretivas tomadas pelo PMR.

4.9 Controle de trabalho não conforme e/ou materiais de referência não conformes

□ deve ter uma política e procedimentos que devem ser implementados quando for estabelecido que qualquer aspecto de suas atividades de produção não estiver em conformidade com seus próprios procedimentos de produção especificados ou com os requisitos acordados com o cliente.

- devem assegurar que:
- sejam designadas responsabilidades e autoridades para o gerenciamento do trabalho não conforme;
- as ações, que devem ser tomadas quando forem identificadas NC, sejam definidas em conjunto com um sistema que assegure a sua implementação efetiva;
- seja feita uma avaliação da importância do trabalho não conforme;
- quando necessário, o trabalho seja interrompido e, se apropriado, a emissão do material de referência afetado e seus certificados (e declarações) seja retida;
- sejam tomadas ações corretivas em um prazo definido;
- quando necessário, os clientes que tenham adquirido o material de referência, dentro de um período apropriado, sejam notificados sobre os possíveis efeitos identificados,
- seja definida a responsabilidade pela autorização da retomada do trabalho.

4.10 Ações corretivas

- política e procedimentos para a implementação de ações corretivas quando forem identificadas NC;
- investigação para determinação das causas-raiz do problema.
- deve selecionar e implementar a(s) ação(ões) que seja(m) mais provável(eis) para eliminar o problema e prevenir sua reincidência. ;
 - deve documentar e implementar quaisquer mudanças necessárias aos procedimentos operacionais resultantes das investigações de ação corretiva.
- deve monitorar os resultados para assegurar que as ações corretivas tomadas tenham sido eficazes na eliminação das causas-raiz dos problemas.

4.11 Ações preventivas

- devem ser identificadas as melhorias necessárias e potenciais fontes de não-conformidade, sejam técnicas ou referentes ao sistema de gestão (planos de ação para reduzir a probabilidade de ocorrência).
- deve monitorar os resultados a fim de identificar qualquer redução nas deficiências ou outras melhorias nesta área operacional, estabelecendo assim a eficácia da ação preventiva.

4.12 Melhorias

- deve aprimorar continuamente a eficácia de seu sistema de gestão por meio do uso:
 - da política da qualidade,
 - objetivos da qualidade,
 - resultados de auditorias,
 - análise de dados,
 - ações corretivas e preventivas e
 - análise crítica pela direção.

4.13 Registros

- devem ser mantidos registros da qualidade e técnicos;
- registros devem ser legíveis e devem ser armazenados e preservados de tal forma que sejam prontamente recuperados, em instalações que forneçam um ambiente adequado, de forma a prevenir danos, deterioração ou perda.
- o tempo de retenção de registros deve ser estabelecido e documentado de acordo com requisitos legais, do organismo de acreditação ou do cliente, quando relevante.
- todas as alterações nos registros devem ser assinadas ou rubricadas pela pessoa que fizer a correção. No caso de registros eletrônicos, medidas equivalentes devem ser tomadas.
- todos os registros devem ser mantidos em segurança e, quando apropriado, com confidencialidade.
- os resultados de cada calibração ou medição (ou séries de ambos) realizada pelo produtor de material de referência devem ser relatados de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025.

4.14 Auditorias internas

- deve, periodicamente e de acordo com um cronograma e procedimento predeterminados, realizar auditorias internas das suas atividades
- o programa de auditoria interna deve cobrir todos os elementos do sistema de gestão, incluindo as atividades técnicas e de produção que levam ao produto acabado (material de referência)
- devem ser realizadas por pessoal treinado e qualificado que seja, sempre que os recursos permitirem, independente da atividade a ser auditada.

4.15 Análise crítica pela Direção

- a Alta Direção do produtor de material de referência deve realizar periodicamente uma análise crítica de seu sistema de gestão
- a análise crítica deve considerar:
 - a adequação de políticas e procedimentos;
 - relatórios de pessoal gerencial e de supervisão;
 - resultado de auditorias internas recentes;
 - ações corretivas e preventivas;
 - avaliações realizadas por organizações externas;
 - mudanças no volume e tipo de trabalho;
 - retroalimentação de clientes;
 - recomendações para melhoria incluindo reclamações;
 - outros fatores relevantes tais como recursos, treinamento de pessoal e, onde necessário, questões técnicas relacionadas à competência do subcontratado e do distribuidor dos materiais de referência.

5 Requisitos técnicos e de produção

5.1 Generalidades

- abrange a produção de materiais de referência certificados e não certificados;
 - para materiais de referência não certificados, os requisitos de produção são menos rígidos do que para materiais de referência certificados.
 - avaliações de homogeneidade e estabilidade são sempre necessárias para estabelecer que o grau de homogeneidade e estabilidade seja adequado para o propósito (ver 5.12, 5.13, 5.14).
 - nos casos em que lotes de reposição de materiais de referência sejam produzidos pela aplicação dos mesmos procedimentos utilizados para os lotes anteriores com matérias-primas similares que levam a produtos finais com propriedades equivalentes, são necessárias avaliações de verificação adequadas para garantir que as estimativas de incerteza obtidas nos lotes anteriores continuam a ser aplicáveis para o novo lote; ver 5.4.3 n).
- HISTÓRICO DA PRODUÇÃO** □ **EXPERIÊNCIA DO PMR**

- De forma a atender os requisitos para a produção de materiais de referência não certificados, pode não ser necessário (requisito 5.1):
 - Planejar exercícios interlaboratoriais, avaliar a comutatividade, atribuir valores de propriedades e estabelecer planilhas de incertezas associadas ao valor de propriedades [5.4.3 j), k), l), m)];
 - Prover informação detalhada aos usuários sobre o estudo de homogeneidade, entretanto o nível de homogeneidade deve ser informado (5.13.1);
 - Prover informação detalhada aos usuários sobre o estudo de estabilidade, entretanto o nível de estabilidade deve ser informado (5.14.1);
 - Caracterizar do material (5.15);
 - Atribuir os valores de propriedade e suas incertezas associadas (5.16);
 - Estabelecer a rastreabilidade metrológica dos valores atribuídos (5.12.4).

5.2 Pessoal

- Capacitação para executar atividades relacionadas à produção de candidatos a materiais de referência;
- Educação e treinamento sobre a série de ISO Guides;
- deve manter um registro atualizado de atribuições para o pessoal gerencial, técnico e de apoio envolvidos nas atividades de produção de material de referência;
- deve utilizar pessoal que seja empregado ou contratado por ele. Onde for utilizado pessoal técnico e pessoal de apoio, adicional ou contratado, o produtor deve assegurar que estes sejam supervisionados e competentes e que trabalhem de acordo com o sistema de gestão do produtor.

5.3 Subcontratados

- ao avaliar a competência de um subcontratado, o produtor de material de referência deve:
 - obter e avaliar informações sobre o conhecimento do subcontratado no assunto e detalhes da experiência prévia na área e assegurar que profissionais experientes estejam disponíveis,
 - acomodações e condições ambientais adequadas,
 - instrumentação e equipamentos de medição, conforme necessário.

Não podem ser realizadas por subcontratados (Guide 34: 2009, definição sobre subcontratados):

- planejamento da produção;
- seleção de subcontratados;
- atribuição e decisão sobre os valores de propriedades e incertezas associadas;
- autorização dos valores de propriedade;
- emissão de certificados ou outras declarações para os materiais de referência

Obs.: Foi especificado que consultores (“advisors”) não são subcontratados.

- pode ser necessário que o PMR avalie, no local, a competência do subcontratado ou supervisione no local as operações realizadas pelo subcontratado.
- o PMR pode considerar a distribuição de materiais de uma matriz semelhante cujos valores de propriedade são bem estabelecidos e com níveis de concentração adequados;
- o PMR deve garantir que todo o trabalho realizado pelos subcontratados que possa contribuir para a atribuição dos valores de propriedade de interesse esteja adequado a este propósito e em conformidade com o Guide 34 e com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 para medição, calibração e ensaio.
- Sob essas circunstâncias o produtor de material de referência deve:
 - empregar pessoal que tenha conhecimento para garantir que as atividades subcontratadas são executadas em conformidade com este Guia e com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 para medição e ensaio, e
 - avaliar os resultados de todas as atividades subcontratadas (ex., aspectos analíticos e estatísticos).

- o PMR deve garantir que todos os detalhes da metodologia, resultados e as descrições de procedimentos de qualquer subcontratado estejam disponíveis.

- Detalhes adequados de metodologia devem ser mantidos pelo produtor de material de referência para permitir a avaliação técnica de dados. Se requerido, o produtor deve garantir que seja mantido um registro/base de dados de todos os subcontratados e a situação da acreditação para atividades de ensaio, calibração e medição, da certificação do sistema de gestão ou de outras formas de competência.

5.4 Planejamento da produção

- definição de condições de armazenamento;
- seleção de material (incluindo, quando apropriado, amostragem);
- manutenção de ambientes adequados para todos os aspectos de produção (5.6);
- processamento de material (5.8);
- medição/ensaio (5.9, 5.10);
- validação de métodos de medição (5.9);
- verificação e calibração de equipamentos (5.10);
- avaliação da homogeneidade do material (5.13);
- avaliação da estabilidade do material (5,14);
- planejamento e organização de estudos interlaboratoriais apropriados para o propósito de atribuição de valores de propriedade, se aplicável (5.15);
- avaliação de comutatividade (quando apropriado) (Anexo B);
- atribuição de valores de propriedade com base nos resultados de medição, se aplicável (5.16);

5.4 Planejamento da produção

- estabelecimento do balanço de incerteza e estimativa de incertezas dos valores de propriedade atribuídos, se aplicável (5.16);
- definição de critérios de aceitação para verificar se as estimativas de incerteza são aplicáveis para substituir lotes de materiais de referência produzidos sob condições descritas em 5.1;
- estabelecimento da rastreabilidade metrológica do(s) resultado(s) de medição (5.12);
- emissão de certificados e/ou outras documentações (5.17);
- garantia de instalações e condições de armazenamento adequadas (5.7);
- garantia de rotulagem e embalagem apropriadas das amostras que atendam aos regulamentos de segurança (5.7);
- garantia de transportes apropriados que atendam aos regulamentos de transporte (5.18);
- garantia do monitoramento da estabilidade pós-certificação, se aplicável (5.14);
- garantia de um serviço de pós distribuição adequado para os clientes de material de referência (5.18).

Informações técnicas dos diferentes subcontratados envolvidos devem ser identificadas e as informações necessárias documentadas e analisadas regularmente.

5.5 Controle de produção

- deve identificar os procedimentos de verificação necessários para garantir a qualidade de cada estágio da produção de material de referência,
- deve atribuir recursos e pessoal adequados para tais atividades. Estas atividades devem incluir inspeção, ensaio e monitoramento de todos os estágios da produção.

5.6 Acomodações e condições ambientais

- deve assegurar que toda a acomodação laboratorial, áreas de calibração e medição (se aplicáveis), processamento e embalagem de material, sejam adequadas ao propósito para a produção de MR;
- todas as áreas de processamento de material de referência e ensaio devem satisfazer os requisitos para:
 - umidade e temperatura,
 - vibração,
 - poeira e contaminação microbiológica,
 - campos magnéticos e radiação eletromagnética (se apropriado).
- os requisitos técnicos para acomodação e condições ambientais que possam afetar os resultados e os processos da produção de materiais de referência devem ser documentados;
- deve ser monitorado com equipamentos calibrados apropriados, controlados e registrados;
- precauções apropriadas de saúde, segurança e proteção ambiental também devem ser implementadas quando necessárias.

5.7 Manuseio e armazenamento de materiais

- evitar qualquer contaminação:
identificar, preservar e separar (de quaisquer substâncias químicas e amostras) todos os candidatos a materiais de referência e materiais de referência, do **momento do processamento até sua distribuição aos usuários.**
- assegurar a embalagem adequada de todos os MR:
(ex., quando apropriado, uso de proteção da luz, ou embalagem à vácuo, livre de umidade ou com gás inerte)
- procedimentos apropriados para envio devem ser estipulados.
- a condição de todos os itens e materiais armazenados/estocados deve ser avaliada a intervalos apropriados durante o seu período de armazenamento, a fim de detectar possível deterioração.
- controlar os processos de embalagem e rotulagem na medida necessária para garantir **conformidade com os requisitos de segurança e transporte.**

5.7 Manuseio e armazenamento de materiais

Sobre os rótulos:

□ deve identificar:

- o material,
- o produtor,
- seu lote e números de catálogo,
- e quaisquer outras informações necessárias para permitir que o material seja distinguido e referenciado de **forma única** (tal como o número individual de amostra), quando apropriado, em sua declaração ou certificado.

□ devem também, quando apropriado, estar em conformidade com os requisitos relacionados às **regulamentações de segurança e de risco**, ex., símbolos de toxicidade, avisos de risco e segurança.

□ caso tamanho físico da unidade de MR limitar a quantidade de informações que possam ser contidas no rótulo, as informações devem ser inclusas, onde adequado (ex., no certificado) e o **usuário deve ser direcionado a estas informações através do rótulo**.

5.8 Processamento de material

Os procedimentos para produção do material devem incluir:

- análise qualitativa para a verificação do tipo de material e/ou identidade,
- síntese, purificação, transformação na forma final (por exemplo, usinagem, moagem, etc).
- homogeneização,
- manuseio apropriado (proteção contra contaminação e uso de equipamento inerte),
- medições para controle da produção (por exemplo, distribuição do tamanho de partículas, teor de umidade, etc.),
- estabilização do material (secagem, irradiação, esterilização),
- embalagem de amostras representativas da batelada (controle de compostos voláteis, por exemplo).

5.9 Métodos de Medição

- deve atender aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 em relação a ensaios, calibrações e medições sob sua responsabilidade
 - preparação de itens,
 - amostragem,
 - manuseio,
 - preservação,
 - armazenamento,
 - embalagem,
 - transporte para subcontratados,
 - estimativa de incerteza de medição e
 - análise de dados de medição.

**Para MR voltados às análises
clínicas: ABNT NM NBR
ISO15189**

Atividades devem ser consistentes com a exatidão requerida, quando apropriado, dos valores atribuídos do material de referência, e com quaisquer especificações padrão relevantes à medição em questão.

5.9 Métodos de Medição

- métodos normalizados e não normalizados;
- métodos não normalizados: devem ser previamente validados;
 - devem descrever, de forma clara e exata, as condições e os procedimentos necessários para que a medição dos valores de propriedade de interesse seja válida **no nível de exatidão compatível com o uso pretendido do material de referência**. Registros de validação do método devem ser arquivados. A validação deve atender aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025.
 - LD, LQ, seletividade, linearidade, limite de repetitividade e reprodutibilidade, robustez.
 - avaliação da incerteza de medição: **atende ao propósito???**
- amostragem for realizada como parte do método de medição (ex., sub-amostragem de uma quantidade representativa de um lote de material) procedimentos documentados e **técnicas estatísticas apropriadas** para obter porções de ensaio.

Participou de atividades de EP???
utiliza calibradores no processo
(MRC)???. como aplica o 5.9 da ABNT
NBR ISO/IEC 17025???

Avaliação sistemática dos fatores que influenciam o processo de medição !!!

5.10 Equipamentos de medição

- devem ser utilizados em conformidade com a ABNT NBR ISO/IEC 17025.
- devem ser apropriadamente calibrados, verificados e mantidos , com todos os procedimentos documentados e com os resultados registrados.
 - verificações periódicas de desempenho devem ser realizadas e registradas (ex., verificação de resposta, estabilidade, linearidade, resolução, alinhamento, repetitividade) a fim de garantir que os equipamentos de medição apresentem um desempenho adequado.
 - intervalos entre as verificações devem ser menores do que o tempo definido no qual os equipamentos apresentam desvio, fora dos limites aceitáveis, de acordo com os requisitos da ABNT NBR ISO 10012 - 1.
- certificados de calibração de instrumentos de medição devem, quando apropriado, indicar a **rastreabilidade metrológica** a essa referência declarada

Famosa NIT-Dicla-030 !!!

Avaliação sistemática dos fatores que influenciam o processo de medição !!!

5.11 Avaliação de dados

- deve garantir que os cálculos e as transferências de dados sejam submetidos a **verificações apropriadas**, incluindo aqueles de suas próprias fontes.
- o software desenvolvido pelo usuário ou o software comercial de prateleira modificado para uso específico, que afete a caracterização ou as propriedades do material de referência, seja validado e demonstrada sua adequação ao uso;
- os procedimentos para proteger a integridade dos dados; tais procedimentos devem incluir, mas não se limitar a: **integridade da entrada e aquisição dos dados, armazenamento, transmissão e processamento dos dados**;
- sejam estabelecidos e implementados procedimentos apropriados para a manutenção da segurança dos dados, incluindo a **prevenção de acesso e alteração não autorizados de registros no computador**.

5.12 Rastreabilidade metrológica

Pontos relevantes

- 2ª edição do *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia* (VIM) foi publicada em 1993.
- VIM 03: A necessidade de abordar pela primeira vez medições em química e análises clínicas, bem como de incorporar conceitos, tais como aqueles que se referem à rastreabilidade metrológica, à incerteza de medição e às propriedades qualitativas.

Rastreabilidade metrológica (2.41, VIM 03)

Propriedade de um **resultado de medição** pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de **calibrações**, cada uma contribuindo para a **incerteza de medição**.

Em relação ao VIM 02 para o VIM 03: O termo “comparações” foi substituído por “calibrações”.

5.12 Rastreabilidade metrológica

□ deve fornecer evidências documentadas da rastreabilidade metrológica dos resultados de medição a uma referência estabelecida (ver também 3.7).

NOTA O conceito de “rastreabilidade metrológica” inclui **identificação da propriedade de interesse do material de referência, o valor numérico e a referência estabelecida.**

Quando isto não puder ser alcançado, o PMR deve fornecer evidências satisfatórias da **correlação dos resultados com outros valores estabelecidos**, tanto pela avaliação exaustiva do processo de medição quanto pela comparação com materiais de referência certificados conhecidos e aceitos, os quais tenham valores certificados preferencialmente com incertezas comparativamente pequenas e que estejam em um nível superior na hierarquia de rastreabilidade metrológica com poucas etapas de comparação.

5.12 Rastreabilidade metrológica

Para estudos nos quais os resultados são comparados em relação ao outro (ex., estudos de homogeneidade, estudos de estabilidade com medições realizadas **sob condições de repetitividade** em planejamento isócrono), deve ser assegurado que:

- o mensurando no estudo seja o mesmo que aquele para qual o valor foi atribuído (isto é, que o método escolhido seja seletivo);
- a função de calibração para o procedimento de medição seja válida na faixa dos resultados de medição;
- o procedimento de medição seja suficientemente preciso para apresentar declarações significativas sobre a variação dos resultados de medição do mensurando.

Neste caso, nenhuma rastreabilidade para um sistema de referência de ordem maior é exigida.

NOTA 1 Em princípio, nenhuma veracidade de resultados de medição tem que ser estabelecida para este tipo de estudo.

NOTA 2 Estes requisitos são cumpridos se a seletividade adequada, faixa de trabalho e precisão de um método forem estabelecidos.

5.12 Rastreabilidade metrológica

Para estudos nos quais os valores absolutos são comparados (ex., estudos de caracterização, estudos de estabilidade com medições sob **condições de reprodutibilidade**), deve ser assegurado que:

- o mensurando no estudo seja o mesmo que aquele para qual o valor foi atribuído (ou seja, **o método escolhido é seletivo**);
- a função de calibração para o procedimento de medição seja válida na **faixa de trabalho dos resultados de medição**;
- o procedimento de medição tenha um **limite de quantificação apropriado**;
- o procedimento de medição seja **suficientemente preciso** para apresentar declarações significativas sobre a variação dos resultados de medição;
- o procedimento de medição seja realizado com padrões rastreáveis à mesma referência do valor atribuído** (ver Anexo A para mais informações);
- todas as outras grandezas de entrada relevantes tenham sido calibradas apropriadamente.

NOTA Estes requisitos são cumpridos se a seletividade adequada, limite de quantificação, faixa de trabalho, precisão e veracidade de um método forem estabelecidos.

5.13 Avaliação da homogeneidade

- **é sempre exigida para estabelecer que o grau de homogeneidade** do material de referência, em relação à(s) propriedade(s) de interesse, seja adequado ao propósito.
- as orientações do ABNT ISO Guia 35 para ensaio de homogeneidade também **se aplicam para a produção de materiais de referência não certificados**.
- deve realizar uma avaliação da homogeneidade de qualquer candidato a material de referência. Na maioria dos casos, isso envolve a análise de um número representativo de unidades escolhidas **de forma aleatória, sistemática ou aleatoriamente estratificada**.
 - Ensaio, calibração, medição, amostragem ou outras atividades desempenhadas para a avaliação da homogeneidade devem ser realizadas em conformidade com a ABNT NBR ISO/IEC 17025. Procedimentos de medição devem ser selecionados de modo que a **repetitividade seja adequada para o propósito requerido. Métodos precisos** □ **Condição essencial !!!**
- estudos de homogeneidade devem ser planejados e realizados em conformidade com o ABNT ISO Guia 35.

5.13 Avaliação da homogeneidade

- os valores de medição não precisam ser comunicados aos clientes, mas o grau de homogeneidade (ex., expresso como variação máxima entre frascos) deve ser indicado na documentação que acompanha o material de referência.
- se o material **for produzido em diversos lotes**, será necessário avaliar a **equivalência dos lotes** (ou atribuir os valores de propriedade para cada lote separadamente).
- a avaliação deve ser realizada **após o material ter sido embalado em sua forma final**, salvo se os estudos de estabilidade indicarem que é recomendável que o armazenamento seja a granel.

NOTA Embora a rigor o **ABNT ISO Guia 31** seja estabelecido para materiais de referência certificados, o requisito para a indicação do tamanho mínimo da amostra também é válido para **materiais de referência não certificados**.

5.14 Avaliação da estabilidade

- é sempre requerida para estabelecer que o **grau de estabilidade do material de referência** seja adequado ao propósito.
- as orientações do ABNT ISO Guia 35 para ensaio de estabilidade também aplicam-se para a produção de **materiais de referência não certificados**.

Ensaio, calibração, medição, amostragem e outras atividades desempenhadas para a avaliação da estabilidade devem ser realizadas em conformidade com a **ABNT NBR ISO/IEC 17025**. O ensaio de estabilidade pode ser realizado somente se for demonstrada suficiente homogeneidade.

- os estudos de estabilidade devem ser planejados e realizados em conformidade ao ABNT ISO Guia 35. **Métodos reprodutivos** □ **Condição essencial!!!**
- a avaliação de dados de medição como descritos no ABNT ISO Guia 35 abrange somente materiais aparentemente estáveis . Em caso de degradação detectável, **tanto a degradação como sua incerteza devem ser incluídos na avaliação**.

5.14 Avaliação da estabilidade

- devem ser avaliadas para as condições de armazenamento adotadas:
 - efeitos de luz, umidade e temperatura devem ser **avaliados em função do tempo**.
- os valores de medição não precisam ser comunicados aos clientes, o grau de estabilidade deve ser indicado na documentação que acompanha o material de referência.
(MRC ou MR não certificado)
- a estabilidade do material sob **condições de transporte** deve ser avaliada.
 - Planejamento isócrono é comumente aplicado: condições de repetitividade, variações de temperatura, redução da incerteza a ser combinada no balanço final.
- uma avaliação da estabilidade do MR deve ser realizada em intervalos periódicos após a caracterização, para confirmar que todos os valores são mantidos a partir da produção até a data de validade. **Monitoramento pós-certificação !!!**
- deve ser apresentado de forma clara na documentação em que data o início do período de validade é baseado (ex., **a data da certificação, a data de envio do material de referência ou a data de abertura da embalagem**).
- deve informar aos seus clientes sobre mudanças do prazo de validade do MR.

5.15 Caracterização

- caracterização deve estar em conformidade com os requisitos do ABNT ISO Guia 35 e da ABNT NBR ISO/IEC 17025 para ensaio, calibração e atividades relacionadas.

- várias abordagens tecnicamente válidas para a caracterização de um material de referência. Isto inclui realizar medições utilizando:
 - um único método (primário) em um único laboratório;
 - dois ou mais métodos de referência independentes em um ou mais laboratórios;
 - um ou mais métodos com exatidão demonstrável, realizado por uma rede de laboratórios competentes;
 - uma abordagem que forneça valores de propriedade método-específicos operacionalmente definidos, utilizando uma rede de laboratórios competentes.

- resultados obtidos de ensaio de proficiência podem ser utilizados somente se a **competência dos laboratórios envolvidos tiver sido avaliada** e assegurado que as medições tenham sido feitas em conformidade com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 (ver também 5.3).

2.8 (VIM 03)

procedimento de medição primário

procedimento de referência primário ; procedimento de medição de referência primário

Procedimento de medição de referência utilizado para obter um resultado de medição **sem relação com um padrão de uma grandeza de mesmo tipo.**

EXEMPLO O volume de água de uma pipeta de 5 ml a 20 °C é medido através da pesagem da água vertida da pipeta em um béquer, levando-se em conta a massa total do béquer e da água menos a massa do béquer vazio, corrigindo-se a diferença de massa para a temperatura real da água, por intermédio da massa específica.

NOTA 1 O Comitê Consultivo de Quantidade de Substância - Metrologia em Química (CCQM) utiliza para este conceito o termo "método de medição primário".

NOTA 2 O CCQM (5ª Reunião de 1999) definiu dois conceitos subordinados, que podem ser denominados "procedimento de medição primário direto" e "procedimento de medição primário de razão".

2.7 (VIM 03)

procedimento de medição de referência

reference measurement procedure

Procedimento de medição considerado capaz de fornecer resultados de medição adequados para a avaliação da veracidade de valores medidos obtidos a partir de outros procedimentos de medição para grandezas de mesmo tipo, em calibração ou em caracterização de materiais de referência.

5.15 Caracterização

Usualmente, um valor de propriedade pode ser avaliado com segurança quando seu valor for confirmado por **diversos laboratórios que trabalhem de forma independente e utilizem mais de um método**, para cada qual a exatidão tenha sido bem estabelecida.

5.16 Avaliação de valores de propriedade e suas incertezas

- deve utilizar procedimentos documentados, como descrito no **ABNT ISO Guia 35**, para a atribuição de valores de propriedade.
 - detalhes dos planejamentos experimentais e técnicas estatísticas utilizadas;
 - políticas sobre tratamento e investigação de resultados estatísticos discrepantes e/ou a utilização de estatísticas robustas;
 - se técnicas de ponderação são utilizadas nas contribuições aos valores de propriedade atribuídos derivados de métodos diferentes com incertezas de medição diferentes;
 - a abordagem usada para atribuir incertezas aos valores de propriedade;
 - quaisquer outros fatores significativos que podem afetar a atribuição de valores de propriedade.
- **nunca deve confiar somente em uma análise estatística dos dados** de caracterização, quando avaliar os valores de propriedade de interesse.
- é essencial que o PMR e seus subcontratados tenham **experiência considerável nos diferentes métodos** e sejam capazes de avaliar com maior ou menor peso os resultados da utilização de um método de medição específico.

5.16 Avaliação de valores de propriedade e suas incertezas

- os resultados **podem ser ponderados** de acordo com o inverso da variância de cada método.
- os métodos de medição podem produzir resultados irreconciliáveis e poderá ser necessário atribuir valores de propriedade separados de acordo com os métodos utilizados (ou seja, uma **abordagem método-específico**).
 - pode ser estabelecido um grupo de especialistas independentes, cuja responsabilidade é verificar se todo o trabalhos, dados e documentos estão adequados aos seus propósitos. **Não são considerados subcontratados!!!!**
- deve realizar uma avaliação das incertezas de medição a serem incluídas na atribuição dos valores de propriedade em conformidade com os requisitos do Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (ISO/IEC Guia 98-3).

Uma declaração da incerteza de medição é obrigatória para valores certificados. Caso os valores sejam atribuídos a materiais de referência não certificados (ex., “valores indicativos” ou “valores informativos”), uma declaração das incertezas é altamente recomendada para melhorar o uso do material.

I Treinamento de avaliadores/especialistas de atividades de avaliação da conformidade de CRB



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Atividades na produção de MR(C)	Documentos relevantes	Organizações responsáveis							
		Tipo 1	Tipo 2	Tipo 3	Tipo 4	Tipo 5	Tipo 6	Tipo 7	Tipo 8
Planejamento da produção	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	P	P	P	P	P
Preparo do material	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	S	S	S	S	P	S	P
Ensaio de homogeneidade / estabilidade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	S*	S*	S*	S*	P
Caracterização dos valores de propriedade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	S*	S*	S*	P	S*
Designação e decisão dos valores de propriedade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	P	P	P	P	P
Autorização dos valores de propriedade e emissão de certificado / declaração	ISO Guide 34	P	P	P	P	P	P	P	P
Manuseio e estocagem (incluindo ensaios pós-certificação)	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	S	P	S	S	S	P
Distribuição e serviço pós-distribuição	ISO Guide 34	P	P	S	P	S	P	S	P

Ref.: Adaptação do documento APLAC TC 008 (APLAC, 2010, revisão 03).

P = atividades realizadas pelo produtor de materiais de referência;

S = atividades realizadas pelo subcontratado.

S* = qualquer conclusão relacionada à atividade do subcontratado deve ser feita pelo produtor (PMR).

NIT-Dicla-058 !!!

ISO Guide 34: 2009

ISO/IEC 17025:2005

ISO Guide 34: 2009

Planejamento

Seleção de subcontratados

Controle da produção e monitoramento

Estoque do candidato a MR

Avaliação da homogeneidade / estabilidade

Caracterização

Atribuição de valor de propriedade

Monitoramento pós-certificação

Medições para controle da produção

Medições

Medições

Medições

Amostragem
Preparação
Envase

Ref. André Lamberty,
Hangzhou (CN)
08.05.2010 – RM
Workshop

5.17 Certificados ou documentação para usuários

Sobre o certificado e a documentação para os usuários de materiais de referência

- O PMR deve emitir um certificado para os materiais de referência certificados e prover apropriada documentação para os materiais de referência não-certificados sob a forma de declaração, relatório de análise ou qualquer outra denominação.
- O conteúdo dos certificados dos MRC devem atender aos requisitos do Guide 31. **Se o certificado apresentar valores não certificados., deve haver clara distinção entre os valores certificados e não certificados.**
- A documentação para materiais de referência não certificados deve incluir informação sobre homogeneidade, estabilidade e o período de validade. Deve também conter informação para o usuário sobre a aplicação adequada e condições de armazenamento apropriadas dos materiais de referência.

5.18 Serviço de distribuição

- deve ser cuidadosamente estudado para evitar deterioração do MR
 - condições de remessa ,
 - o tempo máximo que a remessa pode resistir sob as condições escolhidas e
 - qual documentação é requerida para o desembaraço alfandegário.

NOTA Para alguns materiais de referência, documentação adicional relacionada , por exemplo, a origem, a conformidade do material aos requisitos de segurança, podem ser exigidas para o desembaraço alfandegário. **Isso se aplica ao material biológico!!!**

- deve manter um registro atualizado de todas as vendas ou distribuições de material de referência.
- deve oferecer aos clientes orientação e apoio técnico adequados relacionados aos materiais de referência que produzem.

Annex A (informative)

Anexos do Guide 34: 2009 ...

Metrological traceability of certified property values of reference materials

Annex B (informative)

Commutability of reference materials (conhecido na área clínica, mas relativamente novo em outros campos de aplicação, especialmente quando se trata da definição exposta no VIM 03)

Annex C (informative)

ISO/IEC 17025/ISO Guide 34 cross-reference table

**I Treinamento de avaliadores/especialistas de
atividades de avaliação da conformidade de CRB**



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Obrigada!

www.inmetro.gov.br

rmborges@inmetro.gov.br